# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平9-165532

(43)公開日 平成9年(1997)6月24日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>		識別記号	庁内整理番号	FΙ			技術表示箇所
C 0 9 C	1/40	PBB		C 0 9 C	1/40	PBB	
A 6 1 K	7/02			A 6 1 K	7/02	P	
C 0 9 K	9/00			C09K	9/00	D	

審査請求 未請求 請求項の数10 FD (全 9 頁)

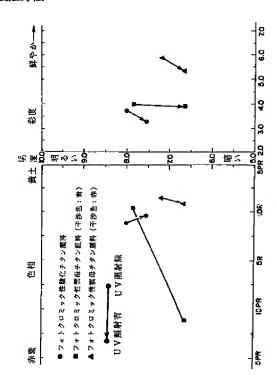
(21) 出願番号 特願平7-347293 (71) 出願人 000001959 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番 ii 号 (72) 発明者 小川 克基 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72) 発明者 鈴木 福二 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72) 発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター内 (74) 代理人 弁理士 岩橋 祐司				
(22) 出顧日 平成7年(1995)12月13日 東京都中央区銀座7丁目5番ii号 (72)発明者 小川 克基 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 鈴木 福二 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内	(21)出顧番号	特願平7-347293	(71) 出願人 000001959	
(72)発明者 小川 克基 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 鈴木 福二 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内			株式会社資生堂	
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 鈴木 福二 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内	(22)出顧日	平成7年(1995)12月13日	東京都中央区銀座7丁目5番5号	
式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 鈴木 福二 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内			(72)発明者 小川 克基	
(72)発明者 鈴木 福二 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーデセンター内 (72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーデセンター内			神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地	株
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内			式会社資生堂第一リサーチセンター内	
式会社資生堂第一リサーデセンター内 (72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内			(72)発明者 鈴木 福二	
(72)発明者 熊谷 重則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内			神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地	株
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内			式会社資生堂第一リサーチセンター内	
式会社資生堂第一リサーチセンター内			(72)発明者 熊谷 重則	
			神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地	株
(74)代理人 弁理士 岩橋 祐司			式会社資生堂第一リサーチセンター内	
			(74)代理人 弁理士 岩橋 祐司	

### (54) 【発明の名称】 フォトクロミック性基板光沢顔料及びその製造方法

### (57)【要約】

【課題】 光強度に応じて、色の微妙な変化をする演色 効果を有する雲母チタン系顔料を得ることを目的とす る。

【解決手段】 雲母表面がフォトクロミック性酸化チタンまたはフォトクロミック性酸化チタンを含む化合物からなるチタン化合物で被覆された雲母チタンからなり、前記雲母チタン表面及び/又は内部に金属又は金属化合物が存在し、該金属又は金属化合物の色が物体色として観察され、酸化チタン層による干渉色が物体色の補色若しくは補色近傍の色域であることを特徴とするフォトクロミック性基板光沢顔料。また、雲母と、酸化チタンと、フォトクロミック性賦活剤となりうる金属又は金属化合物が共存し、これらの共存する状態で招請することにより酸化チタンにフォトクロミック性を付与し、かつ、雲母と酸化チタンにフォトクロミック性を付与し、かつ、雲母と酸化チタンと金属又は金属化合物の少なくとも一部が結合体を形成することを特徴とするフォトクロミック性基板光沢顔料の製造方法。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】雲母表面がフォトクロミック性酸化チタン 又はフォトクロミック性酸化チタンを含む化合物で被覆 されてなるチタン化合物で被覆された雲母チタンからな り、雲母チタン表面及び/又は内部に金属又は金属化合 物が存在し、該金属又は金属化合物の色が物体色として 観察され、酸化チタン層により発生する干渉色が物体色 の補色若しくは補色近傍の色域であることを特徴とする フォトクロミック性基板光沢顔料。

【請求項2】請求項1に記載の基板光沢顔料において、 雲母チタン表面及び/又は内部に存在する金属又は金属 化合物が、黄橙色を呈するものであることを特徴とする フォトクロミック性基板光沢顔料。

【請求項3】請求項2に記載の基板光沢顔料において、 雲母チタン表面及び/又は内部に存在する黄橙色を呈す る金属又は金属化合物が、酸化鉄若しくは酸化鉄を主成 分とする化合物であることを特徴とするフォトクロミッ ク性基板光沢顔料。

【請求項4】雲母と、酸化チタンと、フォトクロミック性賦活剤となる金属又は金属化合物を含む一種又は二種以上の金属又は金属化合物とが共存し、これらの共存する状態で焼成することにより酸化チタンにフォトクロミック性を付与し、かつ雲母と、酸化チタンと、金属又は金属化合物の少なくとも一部が、結合体を形成することを特徴とするフォトクロミック性基板光沢顔料の製造方法。

【請求項5】請求項4に記載の基板光沢顔料の製造方法 において、結合体を、雲母層上に酸化チタン層を形成す ることにより得ることを特徴とするフォトクロミック性 基板光沢顔料の製造方法。

【請求項6】請求項4又は5に記載の基板光沢顔料の製造方法において、結合体中の金属又は金属化合物が雲母チタン表面又は内部に存在することを特徴とするフォトクロミック性基板光沢顔料の製造方法。

【請求項7】請求項4~6のいずれかに記載の基板光沢 顔料の製造方法において、金属又は金属化合物が黄橙色 を呈するものであることを特徴とするフォトクロミック 性基板光沢顔料の製造方法。

【請求項8】請求項7に記載の基板光沢顔料の製造方法 において、黄橙色を呈する金属又は金属化合物が酸化鉄 若しくは酸化鉄を主成分とする化合物であることを特徴 とするフォトクロミック性基板光沢顔料の製造方法。

【請求項9】請求項4~8のいずれかに記載の基板光沢 顔料の製造方法において、雲母チタン:フォトクロミッ ク性賦活剤を99.9:0.1~90:10の割合で混 合することを特徴とするフォトクロミック性基板光沢顔 料の製造方法。

【請求項10】請求項4~9のいずれかに記載の基板光 沢顔料の製造方法において、雲母チタンとフォトクロミ ック性賦活剤の混合物の焼成温度が750~950℃で あることを特徴とするフォトクロミック性基板光沢顔料の製造方法。

# 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、フォトクロミック 性基板光沢顔料およびその製造方法、特にフォトクロミック性を有する酸化チタンを用いた雲母チタン顔料の改 良に関する。

## [0002]

【従来の技術】従来より各種のチタン系顔料、特に雲母チタン系顔料が用いられている。このうち、一般的な雲母チタン系顔料は、化粧品原料基準にも記載されているように、微細な薄片状雲母の表面に二酸化チタン層を形成させた真珠光沢と種々の干渉色を有するもので、製法としては、特公昭43-25644号公報に見られるようにチタンの無機塩類(例えば硫酸チタニル)の水溶液を雲母の存在下で加水分解し、雲母表面に含水二酸化チタンを析出させた後、加水分解する方法が一般的である。この場合、生成した雲母チタン系顔料は、雲母粒子表面上の二酸化チタン被覆層の厚さによって様々な干渉色を呈する。しかしながら、前記雲母チタン系顔料は干渉色は種々得られるものの、物体色は白色に近い。

【0003】そこで、従来においても雲母チタン系顔料に種々の物体色を付与する方法が考えられていた。最も一般的な方法としては、生成した雲母チタン系顔料に酸化鉄、紺青、酸化クロム、カーボンブラック、カーミン等の着色顔料を添加するものが挙げられる。しかしながら、この方法では、雲母チタンの透明性が減少してしまう。これに対し、雲母チタン中の雲母に各種金属又は金属化合物をドーピングすることにより、雲母チタンの透明性を損なわない着色雲母チタン顔料が開発されている

### [0004]

【発明が解決しようとする課題】ところが最近、顔料にも各種機能が求められており、例えば光条件の変化に応じて色調も変化するいわゆるフォトクロミック性(あるいはホトトロピー性)を有した顔料が注目されている。従来は、このようなフォトクロミック性を応用した製品としては、調光ガラス、あるいは可変色性メークアップ化粧料(特開昭56-49312,特開昭56-10079)などが開発されており、より広範な分野への応用が期待されている。

【0005】しかしながら、雲母チタン系顔料においては、各顔料からは単一の干渉色しか得ることができず、例えばファンデーション等に配合した場合、光強度の高い太陽光線下においては全体として白っぱくなり、一方、光強度の低い室内では全体として黄く黒ずみ、光強度に応じた干渉色の変化を得ることはできず、光強度に応じた演色性を有する顔料の開発が強く望まれる。本発明は前記従来技術の課題に鑑みなされたものであり、そ

の目的は光強度に応じて、干渉色が微妙に変化する演色 効果をそなえた雲母チタン系基板光沢顔料を得ることに ある。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らが鋭意検討を重ねた結果、雲母チタン中の酸化チタンにフォトクロミック性を付与したならば、雲母チタンに含まれる酸化チタンが光強度に応じて色調を変化させ、これによる干渉色に変化により外観色が変わる、極めて有用な真珠光沢顔料として機能しうることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明のフォトクロミック性酸化チタンと含む化合物で被覆されてなるチタン化合物で被覆された雲母チタンからなり、前記雲母チタン化合物で被覆された雲母チタンからなり、前記雲母チタン表面及び/又は内部に金属又は金属化合物が存在し、該金属又は金属化合物が雲母チタンの色が物体色として観察され、該雲母チタンの酸化チタン層により発生する干渉色が物体色の補色若しくは補色近傍の色域であることを特徴とする。

【0007】なお、本発明の顔料においては、雲母チタン表面及び/又は内部に存在する化合物が黄橙色を呈するものであることが好ましく、特に酸化鉄若しくは酸化鉄を主成分とする化合物であることが好ましい。また、本発明のフォトクロミック性基板光沢顔料の製造方法は、雲母と、酸化チタンと、フォトクロミック性賦活剤となる金属又は金属化合物を含む一種又は二種以上の金属又は金属化合物とが共存し、これらの共存する状態で焼成することにより酸化チタンにフォトクロミック性を付与し、かつ雲母と、酸化チタンと、金属又は金属化合物の少なくとも一部が、結合体を形成することを特徴とする。

【0008】なお、本発明の基板光沢顔料の製造方法においては、毛tくごうたいを雲母層上に酸化チタン層を形成することが好ましい。また、本発明の基板光沢顔料の製造方法においては、結合体中の金属又は金属化合物が雲母チタン表面又は内部に存在することが好ましい。また、本発明の基板光沢顔料の製造方法においては、雲母チタン表面又は内部に存在する金属又は金属化合物が黄橙色を呈するものであることが好ましく、特に、酸化鉄若しくは酸化鉄を主成分とする化合物であることが好ましい。

【0009】また、本発明の顔料の製造方法においては、雲母チタン:フォトクロミック性賦活剤が99.9:0.1~90:10であることが好ましい。また、本発明の顔料の製造方法においては、雲母チタンと賦活剤の混合物の焼成温度が750~950℃であることが好ましい。

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施の形態 について説明する。

【0010】色調の定義

色を感覚することは、知覚の中から具体的な意味をもた ない、赤、黄、緑、青、・・・等といった単なる感じだ けを抽象したもの、すなわち色刺激と1体1で対応する 知覚現象を意味する。したがって、色感覚は色の3属性 にしたがって、3次元空間の円筒座標の $\theta$ 方向に色相、 z方向に明度、r方向に彩度を感覚的に等歩度になるよ うに尺度化したマンセル表色系で表すことが最も好まし い。この表色系は、我が国では1958年に色の3属性 による表示方法としてJIS (JIS Z 8721) で採用されている。マンセル標識系においては、10色 相を基本色相として、具体的には赤(R)、黄(Y)、 緑(G)、青(B)、紫(P)、橙(YR)、黄緑(G Y)、青緑(BG)、青紫(PB)、赤紫(RP)の表 示方法があり、測色しマンセル変換した結果、各領域 (色相)にあるものをその色としてほとんど定義するこ とができる。

# 【0011】補色の定義

補色とは、2色をある割合で加法混色したときに、混合色が無彩色となる関係をいう。すなわち、色光の場合は、2色の混合色が白色光、物体色の場合には灰色になれば、2種の被混合色は補色ということになる。具体的に補色となる色関係としては、赤と緑、青と橙、黄と紫等が挙げられる。

#### 【0012】フォトクロミック性の定義

本発明においては、以下のようにしてフォトクロミック性を試験した。サンプルは $2.8\times4.5$ cmの角型中皿に粉体5gを3Okg/cm²の圧力で成型したものを用いる。そして、光の条件としては、UV-A蛍光燈(東芝社製FL2OSBLB)とUV-B蛍光燈(東芝社製FL2OS・E)を15cmの間隔でそれぞれ1燈ずつ固定し、紫外線強度計(東レ社製SUV-T型)で紫外線強度が2mW/cm²になるように高さ調整を行う。

【0013】また、実際の測定は、

- (1)サンプルを室温・暗所に約10時間放置したもの を測色機(ミノルタ社製CR-200)で測色する。
- (2)このサンプルに上記紫外線を30分間照射し暗色 化したときの色を同様にして測色する。
- (3) この照射サンプルを室温で暗所に3時間放置したときの色を同様にして測色する。そして、フォトクロミック性を、(1)と(2)の色差 $\Delta$ EをA、(1)と(3)の色差 $\Delta$ EをBとすると、

 $7 \le A \le 20$ 

B≦5

であること、と定義する。

【0014】このような条件を満たす場合光強度による 色調の変化は、 $\Delta E が 10$ 以下ではフォトクロミック性 により明度の変化を起こし、 $\Delta E が 10$ 以上ではフォト クロミック性により明度と共に色相の変化も見ることが 可能である。したがって、 $\Delta E が 10$ 以上でさらに演色 性の高い顔料となる。

【 0 0 1 5 】フォトクロミック性基板光沢顔料の製造方法

本発明の顔料は以下の方法により得ることが可能である。すなわち、本発明の顔料を得る方法は、雲母と、酸化チタンと、フォトクロミック性賦活剤となりうる金属又は金属化合物を含む一種又は二種以上の金属又は金属化合物とが共存し、これらの共存する状態で焼成することにより酸化チタンにフォトクロミック性を付与し、かつ、雲母と、酸化チタンと、金属又は金属化合物の少なくとも一部が、結合体を形成する方法である。

【0016】なお、雲母と酸化チタンは、雲母層上に酸化チタン層を形成した雲母チタンの状態であることが好ましく、これと金属又は金属化合物の共存する状態としては、

- (1)雲母チタンと金属又は金属化合物を混合した状態、
- (2) 雲母チタン中に金属又は金属化合物を含む状態、とがあり、雲母チタン中に金属又は金属化合物を含む状態においては、さらに、(2-1) 雲母チタンの雲母および酸化チタンのいずれにおいても金属又は金属化合物が混合された状態、(2-2) 雲母チタン中の雲母に金属又は金属化合物が混合された状態、(2-3) 雲母チタン中の酸化チタンに金属又は金属化合物が混合された状態、がある。本発明においては、これらのいずれの状態においても用いることが可能であり、さらに
- (3)雲母チタン中に金属又は金属化合物を含むものにさらに金属又は金属化合物を混合した状態、でも良い。 【0017】本発明の顔料とは、雲母と、チタンと、金属又は金属化合物が結合体を形成したものであり、雲母チタン表面に金属又は金属化合物が結合したもの、又は雲母チタン内部に金属又は金属化合物が含まれるものが挙げられる。以下、本発明の顔料およびその製造方法における、雲母チタン、フォトクロミック性賦活剤、焼成温度の好適な要件について説明する。

【0018】[雲母チタン]本発明の基板光沢顔料において、顔料の物体色は雲母チタン表面及び又は雲母チタン内部に存在する金属又は金属化合物により与えられる。すなわち、雲母チタン表面及び/又は雲母チタン内部に、鉄又は鉄化合物が存在するならば物体色は黄橙色、コバルト又はコバルト化合物では紫色、ニッケル又はニッケル化合物では黄緑色、銅又は銅化合物では赤茶色等の物体色となる。

【0019】これらの金属又は金属化合物は、雲母チタン表面に結合されても、雲母チタン中に含まれても良い。また、これらの金属又は金属化合物は、後述するフォトクロミック性賦活剤と共用することも可能である。なお、雲母チタン内部に金属又は金属化合物を存在させる場合には、雲母チタンの透明性を維持する点より、雲母中に金属又は金属化合物が存在することが好ましい。

【0020】上記フォトクロミック性の定義の下、本発明者らは基板となる雲母チタンの酸化チタン層の比率とフォトクロミック性の関係について検討を行った。雲母チタンの発する干渉色は、雲母上に積層された酸化チタン層の厚さにより決定される。すなわち、酸化チタン層の比率が30%前後では白、40%前後で黄、47%前後で赤、50%前後で青、55%前後で緑となる。

【0021】上記知見の下、各酸化チタン層比率の雲母チタンに酸化鉄を1重量%混合し、900℃で焼成することにより得た物体色が黄橙色の顔料を用いて検討を行った。なお、基板の酸化チタン層の比率とは、雲母チタンに含まれる酸化チタンの比率を意味する。結果を図1に示す。

【0022】図より明らかなように、酸化チタン層が45%では十分なフォトクロミック性が認められない。また、酸化チタン層が60%でもやはりフォトクロミック性が低くなってしまう。一方、酸化チタン層が50%前後で高いフォトクロミック性を示した。この酸化チタン層の比率の場合、干渉色は青色となり顔料の物体色と補色の関係となる。したがって、干渉色が物体色の補色となる様に雲母チタンの酸化チタン層の層厚を調整することにより、高い演色効果を有する基板光沢顔料を得ることが可能である。

【0023】 [フォトクロミック性賦活剤] 一般に酸化チタンにフォトクロミック性を付与するために用いられる金属としては、鉄、クロム、銅、ニッケル、マンガン、コバルト、モリブデン等があり、金属粉自体あるいはその硫酸鉛、塩化物、硝酸塩、酢酸塩などの塩、酸化物、水和物等がある。本発明においては、フォトクロミック性賦活剤としてこれらの全ての賦活剤を良好に用いることができるわけではなく、例えば、物体色を黄橙色とする場合には、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄等を用いることが好ましい。

【0024】ここで、本発明者らはフォトクロミック性 賦活剤の配合量と顔料のフォトクロミック性の関係につ いて検討を行った。結果を図2に示す。なお、焼成温度 は、900℃とし、雲母チタンとしては雲母:酸化チタ ンが51:49~57:43のもの、フォトクロミック 性賦活剤としては酸化鉄を用いた。

【0025】図より明らかなように、酸化鉄が全く存在しない状態(0重量%)で焼成を行っても、顔料にフォトクロミック性を付与することはできない。そして酸化鉄を0.5%配合した場合には高いフォトクロミック性を付与することができた。また、0.5%を越えて酸化鉄を配合すると、配合量が増えるにしたがいフォトクロミック性は低くなり、10%を越えて酸化鉄を配合し焼成してもフォトクロミック性を付与することができない

【0026】さらに、本発明者らは賦活剤である酸化鉄 の添加比率による顔料の色調について検討を行った。結 果を図3に示す。なお、本検討の分光反射率特性は、以下の方法により測定した。

【0027】《分光反射率特性の測定》顔料とニトロセルロースラッカーを1:9の割合で混合し、白と黒の半々に色分けされたカラーマッチングペーパーに前記組成物を0.101mmクリアランスのドクターブレードで塗膜にする。それぞれ背景が白、黒のものを測色した。測色は、分光測色機(ミノルタ社製CM1000RH)で行った。

【0028】図より明らかなように、酸化鉄の添加量を増やしていくと反射率が低下し、だんだん黒ずんでしまう。そして酸化鉄を10%を越えて添加すると、物体色が黒ずみ、干渉色の光量がはなはだしく減少し、本発明の意図する顔料を得ることができない。したがって、フォトクロミック性賦活剤の添加量は0.1~10%とすることが好ましい。

【0029】 [焼成温度] 次に、発明者らは顔料のフォトクロミック性と焼成温度の関係について検討を行った。フォトクロミック性は焼成温度に密接に関係しており、これらの関係を図4に示す。図より明らかなように、酸化チタンは750℃以上で焼成しないと十分なフォトクロミック性を付与することはできない。一方、酸化チタンを950℃以上で焼成すると、やはりフォトクロミック性が低くなる傾向にあり好ましくない。したがって、酸化チタンにフォトクロミック性を付与するための焼成温度は、750~950℃であることが好ましい。

【0030】本発明の顔料は、上記要件を満たし製造することにより得ることが可能である。上記製造方法により、得られた本発明の顔料は以下の作用を示す。なお、ここでは雲母:酸化チタン=51:49~57:43、の雲母チタンと、フォトクロミック性賦活剤として酸化鉄を用い、雲母チタン:酸化鉄を99.5:0.5とし、900℃で焼成して得られた物体色が黄橙色の顔料を例として説明する。

【0031】すなわち、通常雲母チタン系顔料は酸化チタン表面と、雲母と酸化チタンの境界である雲母表面で反射光が生ずるので、酸化チタン層の比率を調整して雲母と酸化チタンのそれぞれの表面での反射光の光路差を調整することにより、前記各反射光の間に生ずる干渉作用による干渉光を様々な色に調整することが可能である。本発明の顔料もこの透過及び反射の干渉作用を利用して本発明の特徴とする機能を引き出しているのである。

【0032】本発明において紫外線未照射の状態では、酸化チタン層での透過干渉光と反射干渉光を合わせた反射光は白色となり、また、雲母表面での反射光も白色となる。そして本発明で好適とする雲母チタンの組成では、前記雲母チタン及び酸化チタンのそれぞれの表面での反射光の間で生じる干渉光は白色となる。そして、本

発明の顔料では、酸化チタン表面に黄橙色の反射光を持つ酸化鉄等の金属が結合しているので、顔料の色は明るい黄橙色となると思われる。

【0033】そして、本発明の顔料に紫外線を照射すると、雲母表面での反射光は白色であるが、本発明では酸化チタン層にフォトクロミック性を付与しているので、酸化チタン層の色調が灰色あるいは黒色に変化するため、透過干渉光は酸化チタン層に吸収され、反射干渉光だけが発現する。

【0034】したがって、前記本発明の顔料においては、前記雲母チタン及び酸化チタンのそれぞれの表面での反射光の間で生じる干渉光は青色となる。そして顔料全体としては、酸化鉄の反射光である黄橙色と併せて、くすんだあるいは黒ずんだ赤紫~青色を示すと思われる。しかるに、本発明の顔料は、光強度に応じた色相及び明度の変化を生じ、光強度の弱いところでは明るい黄橙色を呈し、一方、光強度の強いところではくすんだあるいは黒ずんだ赤紫~青色を示すと思われる。

【0035】顔料の特性の検討。

次に本発明者らは、本発明の顔料の特性について検討を行った。なお、いずれにおいても本発明の顔料としては、雲母:酸化チタン=51:49~57:43、の雲母チタンと、フォトクロミック性賦活剤として酸化鉄を用い、雲母チタン:酸化鉄を99.5:0.5とし、900℃で焼成して得られたものを用いている。また、本顔料の物体色は黄橙色である。図5に得られた顔料の走査型電子顕微鏡による写真を示す。

【0036】 [反射干渉光] まず、本発明者らは本発明の顔料と従来の真珠光沢雲母チタン顔料(干渉色青)により反射干渉光の検証を行った。なお、本検討においては、上述の分光反射率特性の測定に基づき反射率を測定し、この分光反射率を比較した。結果を図6に示す。図より明らかなように、本発明の顔料は、青い光の反射率が低い。そして背景が黒の場合、すなわち反射干渉光のみを観察した場合、従来より知られる真珠光沢雲母チタン顔料では青い光の反射率が赤い光の反射率に比べて5倍になっているのに対し、本発明の顔料では青い光の反射率と赤い光の反射率が1:1になっている。

【0037】また、背景が白の場合、すなわち透過干渉光と反射干渉光を同時に観察した場合、本発明の顔料とフラメンコブルーとも赤い光の反射率は高い。しかしながら、フラメンコブルーは青い光の反射率も高く、一方、本発明の顔料は青い光の反射率が低く、明るい黄橙色の物体色を呈するものと思われる。

【0038】 [演色効果] 次に、本発明の顔料と、従来のフォトクロミック性酸化チタン顔料及び干渉色が赤となる雲母チタンを用いて本発明顔料と同様の方法でフォトクロミック性を付与し物体色を与えたものを用いて顔料の演色効果について検討を行った。なお、HVCは、測色機(ミノルタ社製 CM-1000)を用いて測定

した。結果を図7に示す。図より明らかなように干渉色が赤となるフォトクロミック性雲母チタン顔料紫外線照射により明度が少し低くなるが、干渉色の色相はほとんど変化しない。したがって、光強度に応じた演色性は全くないと言える。また、従来のフォトクロミック性酸化チタン顔料(特開昭63-132619号公報に記載)の場合にも色相の変化は見られない。

【0039】一方、本発明の顔料では紫外線照射により 色相、及び明度が大きく変化している。したがって、光 強度に応じた演色性が示されていると言える。この色相 及び明度の変化は本発明の顔料の上述した作用から生ず る特徴的機能である。さらに、本発明者らは本発明の顔 料のフォトクロミック性による演色効果の検討を分光反 射率を比較することにより行った。結果を図8に示す。

【0040】背景が白であると黒であるとを問わず、紫外線照射により反射率が低くなっている。このことから、フォトクロミック性の影響で反射干渉光と透過干渉光のいずれもが低く抑えられていることが示唆される。そして背景が白の場合の赤い光の反射率が著しく低下していることから赤い透過干渉光が減少しているものと思われる。したがって、本発明の顔料はその固有の作用から生じる特徴ともいえる光強度に応じた演色性を有するものであるということができる。

[0041]

【発明の効果】以上のように本発明の顔料によれば、雲母チタン中に含まれる酸化チタンにフォトクロミック性を付与することにより、演色効果に優れた機能的な基板光沢顔料を得ることができる。また該顔料は、本発明の製造方法により良好に製造することが可能である。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】酸化チタン層とフォトクロミック性の関係を示す説明図である。

【図2】フォトクロミック性賦活剤とフォトクロミック性の関係を示す説明図である。

【図3】フォトクロミック性賦活剤として酸化鉄を用いた場合の分光反射特性を示す説明図である。

【図4】焼成温度とフォトクロミック性の関係を示す説明図である。

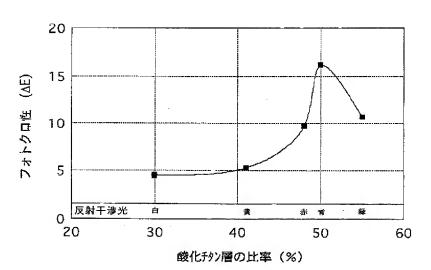
【図5】本発明のフォトクロミック性基板光沢顔料の走査型電子顕微鏡による顕微鏡写真である。

【図6】本発明のフォトクロミック性基板光沢顔料とフラメンコブルーによる反射干渉光の検証を示す比較図である。

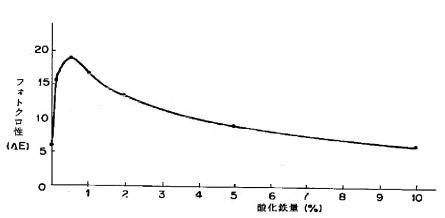
【図7】本発明のフォトクロミック性基板光沢顔料とフラメンコブルーによる演色効果の比較図である。

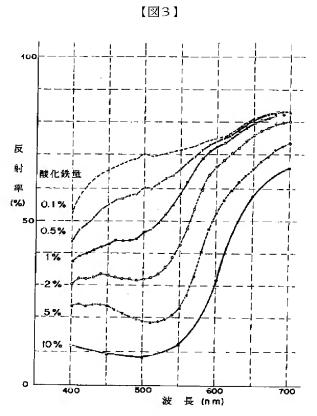
【図8】本発明のフォトクロミック性基板光沢顔料に紫外線を照射した場合の演色効果の説明図である。

【図1】

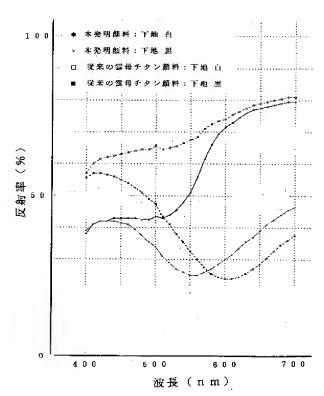




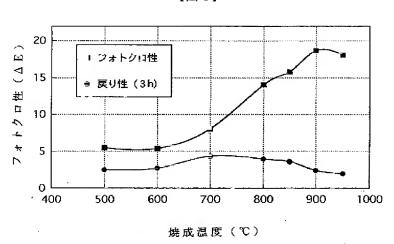




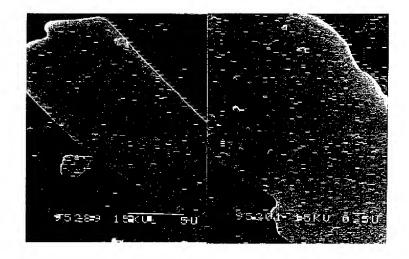
# 【図6】



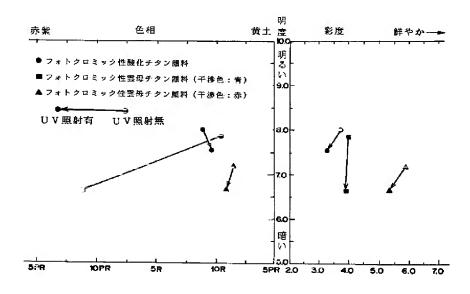
【図4】



【図5】



【図7】



【図8】

